

	PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
PI	JP 06145134	A2	19940524	JP 1992-299893	19921110
OS	CASREACT 121:157159; MARPAT 121:157159				
AB	Urea derivs. H <sub>2</sub> NCONR <sub>4</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> N+R <sub>1</sub> R <sub>2</sub> R <sub>3</sub> .X- (R <sub>1</sub> - R <sub>3</sub> = C <sub>1</sub> -36 linear or branched alkyl optionally having 1 or .gtoreq.2 OH groups, provided that at least one of R <sub>1</sub> - R <sub>3</sub> = HOCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> or C <sub>3</sub> -36 linear or branched alkyl optionally having 1 or .gtoreq.2 OH groups; X = halo), showing low irritation to skin, having excellent conditioning effect, and useful as hair or skin cosmetic bases, cleansing, emulsifying, moisturizing, conditioning, and reforming agents, are prepd. by reaction of trialkylamine NR <sub>1</sub> R <sub>2</sub> R <sub>3</sub> (R <sub>1</sub> - R <sub>3</sub> = same as above) with N-(haloalkyl)urea derivs. H <sub>2</sub> NCONR <sub>4</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> X (R <sub>4</sub> , X = same as above). Thus, 12.3 g .beta.-chloroethylurea was dissolved in EtOH followed by adding 36 mL N,N-dimethyldodecylamine and the resulting mixt. was refluxed for 2 h to give, after evapn. of EtOH, dissolving in H <sub>2</sub> O, extg. excess N,N-dimethyldodecylamine, and lyophilizing the aq. soln., 89% N-(2-ureidoethyl)-N,N-dimethyldodecylammonium chloride of 99% purity.				
ST	alkylammonioalkylurea prepn skin conditioning; urea trialkylammonioalkyl prepn skin conditioning; hair conditioning trialkylammonioalkylurea				
IT	Cosmetics (hair and skin, bases for, N-(trialkylammonioalkyl)urea derivs. as)				
IT	Emulsifying agents (N-(trialkylammonioalkyl)urea derivs.)				
IT	Quaternary ammonium compounds, preparation RL: SPN (Synthetic preparation); PREP (Preparation) (N-(trialkylammonioalkyl)urea derivs., prepn. of, as hair and skin conditioners)				
IT	Cosmetics Hair preparations (conditioners, N-(trialkylammonioalkyl)urea derivs.)				
IT	Cosmetics (moisturizers, N-(trialkylammonioalkyl)urea derivs.)				
IT	157556-65-5P, N-(2-Ureidoethyl)-N,N-dimethyldodecylammonium chloride 157556-66-6P, N-(2-Ureidoethyl)-N,N-dimethyl-2-hydroxyethylammonium chloride RL: SPN (Synthetic preparation); PREP (Preparation) (prepn. of, as hair and skin conditioner)				
IT	6296-42-0, .beta.-Chloroethylurea RL: RCT (Reactant) (quaternization by, N,N-dimethyldodecylamine)				
IT	108-01-0, N,N-Dimethylaminoethanol 112-18-5, N,N-Dimethyldodecylamine RL: RCT (Reactant) (quaternization of, by .beta.-chloroethylurea)				
L9	ANSWER 12 OF 24 CAPLUS COPYRIGHT 2000 ACS				

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平6-145134

(43) 公開日 平成 6 年 (1994) 5 月 24 日

(51) Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 7 C 275/06		7188-4H		
A 6 1 K 7/00	C	7252-4C		
7/06		8615-4C		
7/075		8615-4C		
7/48		9051-4C		

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全 4 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平4-299893

(22) 出願日 平成 4 年 (1992) 11 月 10 日

(71) 出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町 1 丁目 14 番 10 号

(72) 発明者 木附 智人

和歌山県和歌山市西浜 1450 花王水軒社宅  
222 号

(72) 発明者 中野 彰子

大阪府東大阪市菱屋東 131

(72) 発明者 喜多 克己

大阪府泉佐野市長滝 1655

(72) 発明者 今井 一康

東京都板橋区小豆沢 2-10-10

(74) 代理人 弁理士 有賀 三幸 (外 3 名)

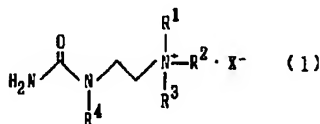
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 新規尿素誘導体及びその製造方法

(57) 【要約】

【構成】 一般式 (1)

【化 1】



(式中、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$  及び  $\text{R}^3$  は同一又は異なって、1 又は 2 以上の水酸基が置換していてもよい炭素数 1～36 の直鎖又は分岐鎖のアルキル基を示す。ただし、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$  及び  $\text{R}^3$  の少なくとも 1 つはヒドロキシエチル基又は 1 若しくは 2 以上の水酸基が置換していてもよい炭素数 3～36 の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基を示す。 $\text{R}^4$  は水素原子又は炭素数 1～36 の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基を示し、 $\text{X}$  はハロゲン原子を示す) で表わされる尿素誘導体及びその製造方法。

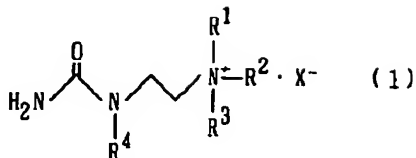
【効果】 毛髪、皮膚化粧品等の基剤、洗浄剤、乳化剤、湿潤剤、コンディショニング剤、改質剤等として極めて有用である。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 一般式(1)

【化1】

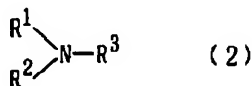


(式中、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$  及び  $\text{R}^3$  は同一又は異なって、1又は2以上の水酸基が置換していてもよい炭素数1～36の直鎖又は分岐鎖のアルキル基を示す。ただし、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$  及び  $\text{R}^3$  の少なくとも1つはヒドロキシエチル基又は1若しくは2以上の水酸基が置換していてもよい炭素数3～36の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基を示す。 $\text{R}^4$  は水素原子又は炭素数1～36の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基を示し、 $\text{X}$ はハロゲン原子を示す)で表わされる尿素誘導体。

【請求項2】 一般式(1)において、 $\text{R}^4$  が水素原子である請求項1記載の尿素誘導体。

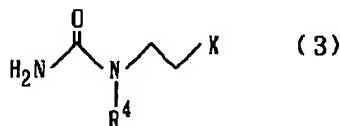
【請求項3】 一般式(2)

【化2】



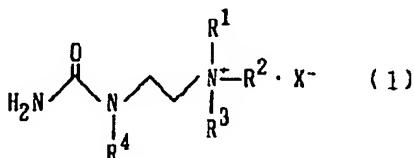
(式中、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$  及び  $\text{R}^3$  は同一又は異なって、1又は2以上の水酸基が置換していてもよい炭素数1～36の直鎖又は分岐鎖のアルキル基を示す。ただし、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$  及び  $\text{R}^3$  の少なくとも1つはヒドロキシエチル基又は1若しくは2以上の水酸基が置換していてもよい炭素数3～36の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基を示す)で表わされるアミン化合物と、一般式(3)

【化3】



(式中、 $\text{R}^4$  は水素原子又は炭素数1～36の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基を示し、 $\text{X}$ はハロゲン原子を示す)で表わされる尿素化合物を反応させることを特徴とする一般式(1)

【化4】



(式中、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^3$ 、 $\text{R}^4$  及び  $\text{X}$ は前記と同じ意

2

味を有する)で表わされる尿素誘導体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、毛髪、皮膚化粧品等の基剤、洗浄剤、乳化剤、湿潤剤、コンディショニング剤、改質剤等として有用な新規尿素誘導体及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】従来、洗浄剤としては、アルキル硫酸塩、ポリオキシエチレンアルキル硫酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩などが使用されているが、これらの多くは、皮膚に対する刺激が比較強いという問題を有している。このため、近年、皮膚に対してより刺激の低いアルキルリン酸塩やアシル化アミノ酸塩などが、毛髪、皮膚化粧品等の洗浄剤、乳化剤などとして使用されている。

【0003】しかしながら、最近では、消費者ニーズが多様化したり、高級指向が強まったため、洗浄剤には、皮膚に対する刺激の低さに加え、更に皮膚や毛髪に好ましい感触を与える等のコンディショニング効果を有することが要求されている。従って、皮膚に対する刺激が低く、かつコンディショニング効果に優れ、洗浄剤等として有用な化合物が望まれていた。

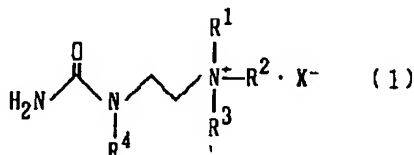
【0004】

【課題を解決するための手段】かかる実情において、本発明者らは鋭意研究を行った結果、後記一般式(1)で表わされる新規な尿素誘導体が、皮膚に対する刺激が低く、かつコンディショニング効果を有し、洗浄剤等として有用であることを見出し、本発明を完成した。

【0005】すなわち、本発明は、一般式(1)

【0006】

【化5】



【0007】(式中、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$  及び  $\text{R}^3$  は同一又は異なって、1又は2以上の水酸基が置換していてもよい炭素数1～36の直鎖又は分岐鎖のアルキル基を示す。ただし、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$  及び  $\text{R}^3$  の少なくとも1つはヒドロキシエチル基又は1若しくは2以上の水酸基が置換していてもよい炭素数3～36の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基を示す。 $\text{R}^4$  は水素原子又は炭素数1～36の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基を示し、 $\text{X}$ はハロゲン原子を示す)で表わされる尿素誘導体及びその製造方法を提供するものである。

【0008】本発明の尿素誘導体は前記一般式(1)で表わされるものであり、式中、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$  及び  $\text{R}^3$  で示

される1又は2以上の水酸基が置換していてもよい炭素数1～36の直鎖又は分岐鎖のアルキル基としては、例えばメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ウンデシル基、ドデシル基、トリデシル基、テトラデシル基、ペンタデシル基、ヘキサデシル基、ヘプタデシル基、オクタデシル基、ノナデシル基、エイコシル基、ヘンエイコシル基、ドコシル基、トリドコシル基、テトラコシル基、1-ヒドロキシエチル基、1-ヒドロキシプロピル基、1-ヒドロキシブチル基、1,2-ジヒドロキシプロピル基、イソプロピル基等が挙げられる。これらのうち、特に低級アルキル基又は低級ヒドロキシルアルキル基と炭素数8～24のアルキル基の組合わせが好ましい。

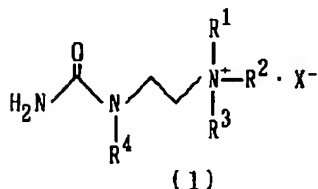
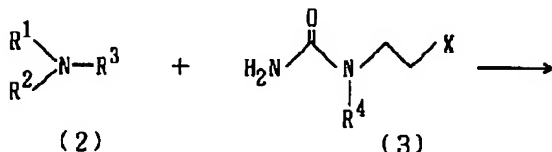
【0009】また、R<sup>4</sup>で示される炭素数1～36の直鎖又は分岐鎖のアルキル基としては、例えばメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ウンデシル基、ドデシル基、トリデシル基、テトラデシル基、ペンタデシル基、ヘキサデシル基、ヘプタデシル基、オクタデシル基、イソプロピル基等が挙げられる。これらのうち、特に水素原子、メチル基が好ましい。

【0010】更に、Xで示されるハロゲン原子としては、例えば塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子が挙げられる。

【0011】これらの尿素誘導体(1)は、例えば以下に示す如くアミン化合物(2)と尿素化合物(3)を反応させることにより製造することができる。

【0012】

【化6】



【0013】(式中、R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>、R<sup>3</sup>、R<sup>4</sup>及びXは前記と同じ意味を有する)

ここで、アミン化合物(2)としては、例えばトリアルキルアミン、ジアルキルアルカノールアミン、モノアルキルジアルカノールアミン、トリアルカノールアミン等が挙げられる。

【0014】反応は、例えば不活性溶媒の存在下、20 50

～120℃、好ましくは40～90℃で、アミン化合物(2)に対し、好ましくは0.5～2倍モルの尿素化合物(3)を反応させることにより行われる。ここで用いられる不活性溶媒としては、例えば水、メタノール、エタノール、イソプロパノール、ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド等の極性溶媒などが挙げられ、これらは1種又は2種以上を組合わせて用いることができる。これらのうち、特に低級アルコール、水と低級アルコールの混合溶媒が好ましい。

【0015】反応後、反応混合物中には、本発明の尿素誘導体(1)以外に、反応条件等により未反応のアミン化合物(2)、尿素化合物(3)などが含まれる。従って、使用目的によっては反応混合物をそのまま使用することもできるが、更に高純度の尿素誘導体(1)が必要な場合には、例えば溶媒分別法、イオン交換クロマトグラフィー法、再結晶法など、通常の方法に従って精製することができる。

【0016】

【発明の効果】本発明の尿素誘導体(1)は、皮膚に対する刺激が低く、かつコンディショニング効果を有するため、毛髪、皮膚化粧品等の基剤、洗浄剤、乳化剤、湿潤剤、コンディショニング剤、改質剤等として極めて有用なものである。

【0017】

【実施例】次に、実施例を挙げて本発明を更に説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。

【0018】実施例1

反応器に、β-クロロエチル尿素12.3g(0.1モル)をエタノール50mlに溶解し、これにN,N-ジメチルドデシルアミン36ml(0.13モル)を加えて昇温し、還流下、2時間反応させた。反応終了後、エタノールを乾固し、水に溶解して過剰のN,N-ジメチルドデシルアミンをn-ヘキサンにより洗浄除去したのち、水溶液を凍結乾燥にかけ、N-エチルウレイド-N,N-ジメチルドデシルアンモニウムクロリド30g(収率89%)を結晶として得た。このものは、HPLC(カラム;東ソー株式会社製「アミド80」、溶離液;アセトニトリル/水=60/40)測定による純度が99%であった。以下に<sup>1</sup>H-NMRデータを示す。なお、a-fは、それぞれのシグナルをもたらす下記化学式中の部位を示す。

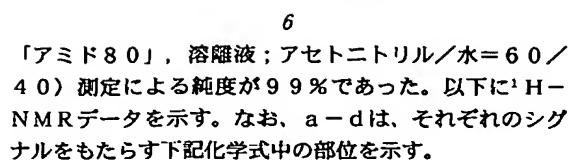
<sup>1</sup>H-NMR(D<sub>2</sub>O): δ(ppm) D<sub>2</sub>O基準(4.50)

0.56(t, 3H, a), 1.00(broad, 18H, b), 1.47(m, 2H, c), 2.84(s, 6H, e), 2.98-3.24(broad m, 4H, d), 3.30(t, 2H, f)

【0019】

【化7】

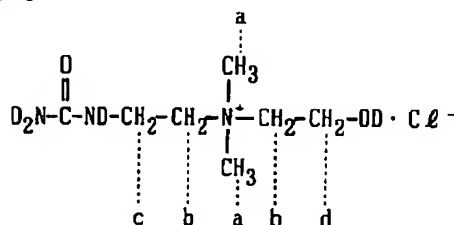
特開平6-145134

<sup>1</sup>H-NMR (D<sub>2</sub>O) : δ (ppm) D<sub>2</sub>O基準(4.70)

3. 14(s, 6H, a), 3. 17-3. 44(broad m, 4H, b), 3. 51(t, 2H, c), 3. 68-3. 79(broad, 2H, d)

【0021】

【化8】



反応器に、*B*-クロロエチル尿素 12.3 g (0.1 モル) をエタノール 50 ml に溶解し、*N,N*-ジメチルアミノエタノール 11.6 g (0.13 モル) を加えて昇温し、還流下、2 時間反応させた。反応終了後、溶媒を留去し、残渣をジエチルエーテルで洗浄した。次いで、メタノール-イソプロパノールを用いて再結晶し、*N*-エチルウレイド-*N,N*-ジメチルヒドロキシエチルアンモニウムクロリド 10.81 g (収率 61%) を得た。このものは、HPLC (カラム：東ソー株式会社製

フロントページの続き

(51) Int. Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
A 6 1 K 7/50		9283-4C		
C 0 7 C 273/02		7188-4H		
275/10		7188-4H		
C 1 1 D 3/30				

(72)発明者 藤倉 芳明  
栃木県宇都宮市山本町271-6